

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①1 N° de publication :

2 786 493

(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

②1 N° d'enregistrement national :

98 14965

⑤1 Int Cl⁷ : C 08 F 220/56, C 08 F 2/32, 4/40, C 08 L 33/26,
A 61 K 47/32, 7/48, 9/107, 7/42, 7/075

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 27.11.98.

③0 Priorité :

④3 Date de mise à la disposition du public de la
demande : 02.06.00 Bulletin 00/22.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

⑥0 Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

⑦1 Demandeur(s) : SOCIÉTÉ D'EXPLOITATION DE PRO-
DUITS POUR LES INDUSTRIES CHIMIQUES SEPPIC
Société anonyme — FR.

⑦2 Inventeur(s) : MALLO PAUL et TABBACHI GUY.

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire(s) : L'AIR LIQUIDE SOCIÉTÉ ANONYME
POUR L'ÉTUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCÉ-
DES GEORGES CLAUDE.

⑤4 PROCÉDE DE PREPARATION D'UN LATEX ÉPAISSISSANT SANS ALCANOLAMIDE, UTILISATION DUDIT
LATEX EN COSMÉTOLOGIE ET COMPOSITION LE CONTENANT.

⑤7 Procédé de préparation d'une composition sous forme
d'un latex inverse, comprenant une phase huile, une phase
aqueuse, au moins un agent émulsifiant de type eau dans
huile (E/ H), au moins un agent émulsifiant de type huile
dans eau (H/ E), de 20% à 75% en poids, principalement de
20% à 60% en poids et plus particulièrement de 30% à 45%
en poids, d'un polyélectrolyte anionique branché ou réticulé,
caractérisé en ce que la réaction de polymérisation est réa-
lisée à un pH inférieur à 5, 5 que les agents émulsifiants,
n'appartiennent pas à la classe des alcanolamides et que
ledit polyélectrolyte anionique est à base, soit d'un mono-
mère possédant une fonction acide fort, soit d'au moins un
monomère possédant une fonction acide fort copolymérisé
ou bien avec au moins un monomère possédant une fonc-
tion acide faible, ou bien avec au moins un monomère neu-
tre. Compositions obtenues et applications en cosmétique.

FR 2 786 493 - A1



5 La présente demande concerne un nouveau procédé de latex eau dans huile, et l'application de ces latex en tant qu'épaississant et/ou émulsionnant pour des produits de soins de la peau et des cheveux ou pour la fabrication de préparations cosmétiques, dermo-pharmaceutiques ou pharmaceutiques.

10 Parmi les différents épaississants existants et utilisés pour ces usages, il y a, en particulier, les polymères épaississants synthétiques, se présentant sous forme de latex inverse, c'est-à-dire dont la phase continue est une huile. La mise en solution de ces latex est extrêmement rapide ; les polymères contenus dans ces latex inverses, sont par exemple des copolymères acrylamide/acrylamido 2-méthyl 2-propanesulfonate de sodium ; ils sont déjà neutralisés et lorsqu'ils sont mis en solution dans l'eau, par exemple à une
15 concentration de 1%, on observe que le pH est généralement supérieur à 6. De tels latex inverses sont décrits dans les demandes de brevet européen publiées sous les numéros EP 0 186 361 et EP 0 503 853. Ces latex gardent, gardent une capacité épaississante importante même à pH 4.

20 Cependant, le procédé de préparation de tels copolymères met en œuvre, des tensioactifs de la famille des alkanolamides comme le Witcamide™ 511 ; or, ces composées chimiques sont susceptibles de se dégrader en composés de la classe des nitrosamines qui eux, sont des produits connus comme potentiellement cancérigènes. La simple mise en application du principe de précaution rend donc inéluctable à plus ou moyen terme, l'interdiction d'utiliser les latex inverses mentionnés ci-dessus dans la préparation de pro-
25 duits cosmétiques, dermo-pharmaceutiques ou pharmaceutiques. C'est pourquoi la demanderesse s'est intéressée à la mise au point d'un nouveau procédé de synthèse de latex inverses qui ne présente pas cet inconvénient.

30 L'invention a pour un objet un procédé de préparation d'une composition sous forme d'un latex inverse, comprenant une phase huile, une phase aqueuse, au moins un agent émulsifiant de type eau dans huile (E/H), au moins un agent émulsifiant de type

huile dans eau (H/E), de 20% à 75% en poids, principalement de 20% à 60% en poids et plus particulièrement de 30% à 45% en poids, d'un polyélectrolyte anionique branché ou réticulé, comprenant successivement :

5 - une étape (a) de préparation d'une solution aqueuse contenant les monomères et les éventuels additifs ;

 - une étape (b) d'émulsification de la phase aqueuse préparée à l'étape (a), dans une phase organique, en présence d'un ou plusieurs agents émulsifiants de type eau dans huile ;

10 - une étape (c) de polymérisation des monomères dans la phase aqueuse amorcée par l'introduction dans ladite phase, d'un initiateur de radicaux libres ; et,

 - une étape (d) d'addition dans la dispersion résultante d'un ou plusieurs agents émulsifiants de type huile dans eau, à une température inférieure à 50°C, caractérisé en ce que :

15 - la réaction de polymérisation de l'étape (c) est réalisée à un pH inférieur à 5,5,

 - aucun desdits agents émulsifiants, n'appartient à la classe des alcanolamides et

 - ledit polyélectrolyte anionique est à base, soit d'un monomère possédant une fonction acide fort, soit d'au moins un monomère possédant une fonction acide fort copolymérisé ou bien avec au moins un monomère possédant une fonction acide faible, ou bien avec au moins un monomère neutre,

20 Selon une variante de ce procédé, le milieu réactionnel issu de l'étape (b), est concentré par distillation, avant la mise en œuvre de l'étape (c).

 Selon une mise en œuvre préférée du procédé tel que défini précédemment, la réaction de polymérisation est amorcée par un couple oxydoréducteur générateur d'ions hydrogénosulfite (HSO_3^-), tel que le couple hydroperoxyde de cumène -métabisulfite de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$), ou le couple hydroperoxyde de cumène-chlorure thionyle (SOCl_2) à 25 une température inférieure ou égale à 10°C, si désiré, additionné d'un agent co-initiateur de polymérisation tel que par exemple l'azo-bis(isobutyronitrile) (AIBN), puis conduite soit de manière quasi-adiabatique jusqu'à une température supérieure ou égale à 50°C, soit en contrôlant la température.

30 Par alcanolamide, on désigne les produits résultant de l'action des acides gras en

quantités équimoléculaires sur les alcanolamines tels que par exemple la mono- ou, la diéthanolamine .

Par "agent émulsifiant du type eau dans huile", on désigne des agents émulsifiants possédant une valeur HLB suffisamment faible pour fournir des émulsions eau dans huile
5 tels que les polymères tensioactifs commercialisés sous le nom de HYPERMER™ ou tels que les extraits de sorbitan, comme le monooléate de sorbitan commercialisé par la Société SEPPIC sous le nom de marque Montane™ 80, ou l'isostéarate de sorbitan commercialisé par SEPPIC sous le nom de Montane™ 70®.

Par "agent émulsifiant du type huile dans eau", on désigne des agents émulsifiants
10 possédant une valeur HLB suffisamment élevée pour fournir des émulsions huile dans l'eau tels que les esters de sorbitan éthoxylés comme l'oléate de sorbitan éthoxylé avec 20 moles d'oxyde d'éthylène.

Par polymère branché, on désigne un polymère non linéaire qui possède des chaînes pendantes de manière à obtenir, lorsque ce polymère est mis en solution dans l'eau,
15 fort état d'enchevêtrement conduisant à des viscosités à bas gradient très importantes.

Par polymère réticulé, on désigne un polymère non linéaire se présentant à l'état de réseau tridimensionnel insoluble dans l'eau, mais gonflable à l'eau et conduisant donc à l'obtention d'un gel chimique. La composition obtenue selon le procédé tel défini précédemment, peut comporter des motifs réticulés et/ou des motifs branchés.

20 L'invention a plus particulièrement pour objet un procédé tel que défini précédemment, caractérisée en ce que 30 % à 80 %, de préférence 30 % à 60 % en proportions molaires, des motifs monomériques que le polyélectrolyte anionique comprend, possèdent une fonction acide fort ; et plus particulièrement caractérisé en ce que le polyélectrolyte anionique comprend de 30 % à 50 % d'un monomère comportant une fonction
25 tion acide fort et de 70 % à 50 %, soit d'un monomère comportant une fonction acide faible, soit d'un monomère neutre.

La fonction acide fort du monomère en comportant est notamment la fonction acide sulfonique ou la fonction acide phosphonique, et de préférence ledit monomère est l'acide 2-méthyl 2-[(1-oxo 2-propényl) amino] 1-propanesulfonique. ou l'acide. La fonction
30 tion acide faible du monomère en comportant est notamment, la fonction acide carboxy-

lique, et de préférence, ledit monomère est choisi parmi l'acide acrylique, l'acide méthacrylique, l'acide itaconique ou l'acide maléique. Le monomère neutre est notamment choisi parmi l'acrylamide, l'acrylate de (2-hydroxy éthyle), l'acrylate de (2,3-dihydroxyéthyle), le méthacrylate de (2-hydroxy éthyle), le méthacrylate de (2,3-dihydroxyéthyle), ou un dérivé éthoxylé, avec un indice OE compris entre 1 et 20, de chacun de ces esters.

L'invention a plus particulièrement pour objet un procédé tel que défini précédemment, caractérisé en ce que le polyélectrolyte anionique comporte en proportions molaires de 30 % à 50 % de 2-méthyl 2-[(1-oxo 2-propényl) amino] 1-propane sulfonique, partiellement ou totalement salifié sous forme d'un sel de métal alcalin, de préférence le sel de sodium, ou sous forme du sel d'ammonium, et de 70 % à 50 % d'acrylamide .

L'invention a plus particulièrement pour objet un procédé tel que défini précédemment, caractérisé en ce que le polyélectrolyte anionique est réticulé et/ou branché avec un composé diéthylénique ou polyéthylénique dans la proportion molaire exprimée par rapport aux monomères mis en œuvre, de 0,005% à 1%, et de préférence de 0,01% à 0,1% et, l'agent de réticulation et/ou l'agent de ramification est notamment choisi parmi le méthacrylate d'éthylèneglycol, le diallyloxyacétate de sodium, le diacrylate d'éthylèneglycol, le diallyl urée, le triméthylol propanetriacrylate ou plus particulièrement le méthylène-bis(acrylamide).

Le latex obtenu par le procédé selon l'invention, contient généralement de 2,5% à 15% en poids, et de préférence de 4% à 9% en poids, d'agents émulsifiants, parmi lesquels de 20% à 50%, notamment de 25% à 40% du poids total des agents émulsifiants présents sont du type eau dans huile (E/H) et dans laquelle de 80% à 50%, notamment de 75% à 60%, du poids total des agents émulsifiants, sont du type huile dans eau (H/E).

Selon un aspect particulier du procédé tel que défini précédemment, les agents émulsifiants du type eau dans huile consistent essentiellement en du monooléate de sorbitan.

Selon un autre aspect particulier, la composition obtenue par le procédé tel que défini précédemment, est caractérisée en ce que la phase huile représente de 15% à 40%,

de préférence de 20% à 25%, de son poids total. Cette phase huile est constituée soit par une huile minérale commerciale contenant des hydrocarbures saturés de type paraffinique, isoparaffinique, cycloparaffinique, présentant à température ambiante, une densité entre 0.7 et 0.9 et un point d'ébullition supérieur à 180°C, telle que par exemple l'Exxsol D 100 S commercialisé par EXXON ou une huile blanche minérale, telle que le MARCOLTM 52, ou l'isohexadécane commercialisé par BAYER ou de l'isododécane, soit par une huile végétale, soit par une huile de synthèse, soit par un mélange de plusieurs de ces huiles.

Selon un aspect préféré de la présente invention, la composition obtenue par le procédé tel que défini précédemment, est caractérisée en ce que la phase huile est constituée essentiellement d'isohexadécane ou de MARCOLTM 52. L'isohexadécane, qui est identifié dans Chemical Abstracts par le numéro RN = 93685-80-4, est un mélange d'isoparaffines en C₁₂, C₁₆ et C₂₀ contenant au moins 97% d'isoparaffines en C₁₆, parmi lesquelles le constituant principal est le 2,2,4,4,6,8,8-heptaméthyl nonane (RN = 4390-04-9). Le MARCOLTM 52 est une huile commerciale répondant à la définition des huiles de vaseline du Codex français. C'est une huile blanche minérale conforme aux réglementations FDA 21 CFR 172.878 et CFR 178.3620(a) et est inscrite à la Pharmacopée des USA, US XXIII (1995) et à la pharmacopée européenne (1993).

Les latex contiennent entre 20% et 50% d'eau. Les latex selon l'invention peuvent également contenir divers additifs tels que des agents complexants, des agents de transfert, ou des agents limiteurs de chaîne.

L'invention a aussi pour objet l'utilisation de la composition obtenue selon le procédé tel que défini précédemment, pour préparer une composition topique cosmétique, dermo-pharmaceutique ou pharmaceutique.

Une composition topique selon l'invention, destinée à être appliquée sur la peau ou les muqueuses de l'homme ou de l'animal, peut consister en une émulsion topique comprenant au moins une phase aqueuse et au moins une phase huile. Cette émulsion topique peut être du type huile dans eau. Plus particulièrement, cette émulsion topique peut consister en une émulsion fluide, telle un lait ou un gel fluide. La phase huile de l'émulsion topique peut consister en un mélange d'une ou plusieurs huiles.

Une composition topique selon l'invention peut être destinée à une utilisation cosmétique ou être utilisée pour préparer un médicament destiné au traitement des maladies de la peau et des muqueuses. Dans ce dernier cas, la composition topique comporte alors un principe actif qui peut par exemple consister en un agent anti-inflammatoire, un myorelaxant, un antifongique ou un antibactérien.

Lorsque la composition topique est utilisée en tant que composition cosmétique destinée à être appliquée sur la peau ou les muqueuses, elle peut ou non comporter un principe actif, par exemple un agent hydratant, un agent bronzant, un filtre solaire, un antirides, un agent à visée amincissante, un agent antiradicalaire, un agent antiacnéique ou un antifongique.

Une composition topique selon l'invention comporte habituellement entre 0,1% et 10% en poids de l'agent épaississant défini ci-dessus. Le pH de la composition topique est de préférence supérieur ou égal à 5, plus préférentiellement, il est compris entre 6 et 12.

La composition topique peut en outre comporter des composés classiquement compris dans ce type de compositions, par exemple des parfums, des conservateurs, des colorants, des émoullients ou des tensioactifs.

Selon encore un autre aspect, l'invention concerne l'utilisation du nouvel agent épaississant conforme à l'invention mentionnée ci-dessus, pour épaissir et émulsionner une composition topique comprenant au moins une phase aqueuse.

La composition cosmétique, dermopharmaceutique ou pharmaceutique définie ci-dessus comprend généralement de 0,1% à 10% et plus particulièrement entre 0,5% et 5% en poids dudit latex inverse. Elle se présente notamment, sous la forme d'un lait, d'une lotion, d'un gel, d'une crème, d'un gel crème, d'un savon, d'un bain moussant, d'un baume, d'un shampooing ou d'un après shampooing.

De façon générale, ledit latex inverse, peut remplacer avantageusement les produits vendus sous le nom SEPIGEL™ 305 ou SEPIGEL™ 501 par la demanderesse, dans les compositions cosmétiques, dermopharmaceutiques ou pharmaceutiques, car il présente aussi une bonne compatibilité avec les autres excipients utilisés pour la préparation de formulations telles que les laits, les lotions, les crèmes, les savons, les bains, les bau-

mes, les shampooings ou les après shampooings. Il peut aussi être utilisé en combinaison
lesdits SEPIGEL

Il est notamment compatible avec les concentrés décrits et revendiqués dans les
publications internationales WO 92/06778, WO 95/04592, W095/13863, WO98/47610
5 ou FR 2734 496, ou avec les agents tensioactifs décrits dans WO 93/08204.
Il est particulièrement compatible avec le MONTANOV™ 68, le MONTANOV™ 82, le
MONTANOV™ 202 ou le SEPIPERL™ N. Il peut également être utilisé dans des émulsions
du type de celles décrites et revendiquées dans EP 0 629 396 et dans les disper-
sions aqueuses cosmétiquement ou physiologiquement acceptables avec un composé
10 organo-polysiloxane choisi, par exemple parmi ceux décrits dans WO 93/05762 ou dans
WO 93/21316. Il peut également être utilisé pour former des gels aqueux à pH acide
cosmétiquement ou physiologiquement acceptables, tels que ceux décrits dans WO
93/07856 ; il peut encore être utilisé en association avec des celluloses non-ioniques,
pour former par exemple des gels de coiffage, tels que ceux décrits dans EP 0 684 024,
15 ou encore en association avec des esters d'acides gras et de sucre, pour former des com-
positions pour le traitement du cheveu ou de la peau telles que celles décrites dans EP 0
603 019. ou encore dans les shampooings ou après shampooings tels que décrits et re-
vendiqués dans WO 92/21316 ou enfin en association avec un homo polymère anionique
tels que le CARBOPOL™ pour former des produits de traitement des cheveux comme
20 ceux décrits dans DE 195 23596. Il est également compatible avec de nombreux princi-
pes actifs, tels que par exemple, les agents autobronzants comme le dihydroxyacétone
(DHA) ou les agents anti-acné ; il peut donc être introduit dans des compositions auto-
bronzantes comme celles revendiquées dans EP 0 715 845, EP 0604249, EP 0576188 ou
dans WO 93/07902. Il est également compatible avec les dérivés N-acylés
25 d'acides aminés, ce qui permet son utilisation dans des compositions apaisantes notam-
ment pour peaux sensibles, telles que celles décrites ou revendiquées dans WO 92/21318,
WO 94/27561 ou WO 98/09611. Il est aussi compatible avec les acides glycoliques, avec
l'acide lactique, avec l'acide salicylique les rétinoïdes, le phénoxy éthanol, les sucres, le
glycéraldéhyde, les xanthanes, les acides de fruit, et les divers polyols utilisés dans la
30 fabrication de formulations cosmétiques.

L'invention a donc aussi pour objet, l'utilisation d'un latex inverse tel que défini précédemment, pour préparer une composition cosmétique, dermopharmaceutique ou pharmaceutique.

Les exemples qui suivent ont pour but d'illustrer la présente invention sans toutefois la limiter.

Exemple 1 : Préparation du latex selon l'invention

a) On charge dans un bécher, sous agitation

- 80 g d'eau permutée,
- 95,96g d'une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium à 48 % (en poids),
- 10 - 246,7 g d'acide 2-méthyl-2[(1-oxo-2 propenyl) amino] 1-propane sulfonique,
- 253,8 g d'acrylamide à 50 %,
- 0,45 g de diéthylène triamine pentacétate de sodium,
- 0,132g de méthylène-bis-acrylamide ;

le pH de la phase aqueuse précédemment décrit est ajusté à environ 5,0 et la quantité de phase aqueuse est complétée jusqu'à concurrence de 682 g par ajout d'eau permutée.

Parallèlement, on prépare une phase organique en introduisant dans un bécher agité successivement :

- 220 g d'isohexadécane,
- 21 g de Montane TM 80 VG (oléate de sorbitan commercialisé par SEPPIC)
- 20 - 0,2 g d'AIBN.

La phase aqueuse est introduite progressivement dans la phase organique puis soumise à une agitation mécanique violente de type ultra-turrax[®] commercialisé par IKA.

L'émulsion obtenue est alors transférée dans un réacteur de polymérisation.

L'émulsion est soumise à un barbotage d'azote important de manière à éliminer l'oxygène et refroidit à environ 5-6°C.

On introduit alors 5ml d'une solution contenant 0,28% (en poids) d'hydroperoxyde de cumène dans l'isohexadécane.

Après un temps suffisant pour une bonne homogénéisation de la solution, on introduit alors une solution aqueuse de métabisulfite de sodium (2,5 g dans 100 ml d'eau) à raison de 0,5 ml/minute. L'introduction est réalisée pendant environ 60 minutes.

Pendant cette introduction, on laisse monter la température dans le réacteur de polymérisation jusqu'à la température finale de polymérisation.

On maintient alors le milieu réactionnel pendant environ 90 minutes à cette température.

- 5 L'ensemble est refroidi jusqu'à une température d'environ 35°C et on introduit lentement 50 g d'oléate de sorbitan éthoxylé à 20 moles d'oxyde d'éthylène.

On obtient l'émulsion désirée:

Evaluation des propriétés

+ viscosité dans l'eau à 2% de latex (Brookfield RVT Mobile 6, vitesse 20): 23 450 mPas

- 10 (Brookfield Mobile 6, vitesse 5): $\eta = 69\,000$ mPas.

b) On réitère le procédé décrit précédemment au paragraphe a), en substituant l'isohexadécane par du Marcol TM 52, pour préparer un latex sur base d'huile blanche minérale.

- 15 Les exemples suivants mettent en œuvre l'une quelconque des émulsions préparées à l'exemple 1.

Exemple 2 : Crème de soin

	Cyclométhicone :	10%
	Composition 1 :	0,8%
	MONTANOV TM 68 :	2%
20	alcool stéarylique :	1%
	alcool stéarique :	0,5%
	conservateur :	0,65%
	Lysine :	0,025%
	EDTA (sel disodique) :	0,05%
25	Gomme de xanthane :	0,2%
	Glycérine :	3%
	Eau :	q.s.p. 100%

Exemple 3 : Crème de soin

	Cyclométhicone :	10%
	Composition 1 :	0,8%
5	MONTANOV TM 68 :	2%
	Perfluoropolyméthylisopropylether :	0,5%
	alcool stéarylique :	1%
	alcool stéarique :	0,5%
	conservateur :	0,65%
10	Lysine :	0,025%
	EDTA (sel disodique) :	0,05%
	PEMULEN TM TR :	0,2%
	Glycérine :	3%
	Eau :	q.s.p. 100%
15		

Exemple 4 : Baume après-rasageFORMULE

	A	Composition 1 :	1,5%
		Eau :	q.s.p 100%
20	B	MICROPEARL TM M 100 :	5,0%
		SEPICIDE TM CI :	0,50%
		Parfum :	0,20%
		éthanol 95° :	10,0%

MODE OPERATOIRE

25 Ajouter B dans A.

Exemple 5 : Emulsion satinée pour le corpsFORMULE

	A	SIMULSOL TM 165 :	5,0%
30		LANOL TM 1688 :	8,50%

		beurre de Karité :	2%
		huile de paraffine :	6,5%
		LANOL™ 14M :	3%
		LANOL™ S :	0,6%
5	B	eau :	66,2%
	C	MICROPEARL™ M 100 :	5%
	D	Composition 1 :	3%
	E	SEPICIDE™ CI :	0,3%
		SEPICIDE™ HB :	0,5%
10		MONTEINE™ CA :	1%
		Parfum :	0,20%
		acétate de vitamine E :	0,20%
		Sodium pyrolidinonecarboxylate :	1% (agent hydratant)

MODE OPERATOIRE

- 15 Ajouter C dans B, émulsionner B dans A à 70°C, puis ajouter D à 60°C puis E à 30°C.

Exemple 6 : Lait corporel

FORMULE

	A	SIMULSOL™ 165 :	5,0%
20		LANOL™ 1688 :	12,0%
		LANOL™ 14M :	2,0%
		alcool cétylique :	0,3%
		SCHERCEMOL™ OP :	3%
	B	eau :	q.s.p. 100%
25	C	Composition 1 :	0,35%
	D	SEPICIDE™ CI :	0,2%
		SEPICIDE™ HB :	0,5%
		Parfum :	0,20%

MODE OPERATOIRE

- 30 Emulsionner B dans A vers 75°C ; ajouter C vers 60°C, puis D vers 30°C

Exemple 7 : Crème H/EFORMULE

5	A	SIMULSOL™ 165 :	5,0%
		LANOL™ 1688 :	20,0%
		LANOL™ P :	1,0% (additif à effet stabilisant)
	B	eau :	q.s.p. 100%
	C	Composition 1 :	2,50%
10	D	SEPICIDE™ CI :	0,20%
		SEPICIDE™ HB :	0,30%

MODE OPERATOIRE

Introduire B dans A vers 75°C ; ajouter C vers 60°C, puis D vers 45°C

15 Exemple 8 : gel solaire non grasFORMULE

	A	Composition 1 :	3,00%
		Eau :	30%
20	B	SEPICIDE™ CI :	0,20%
		SEPICIDE™ HB :	0,30%
		Parfum :	0,10%
	C	colorant :	q.s.p
		eau:	30%
25	D	MICROPEARL™ M 100 :	3,00%
		Eau :	q.s.p 100%
	E	huile de silicone :	2,0%
		PARSOL™ MCX :	5,00%

MODE OPERATOIRE

30 Introduire B dans A; ajouter C, puis D, puis E.

Exemple 9 : Lait solaireFORMULE

	A	SEPIPERL [™] N :	3,0%
5		huile de sésame :	5,0%
		PARSOL [™] MCX :	5,0%
		Carraghénane λ :	0,10%
	B	eau :	q.s.p.100%
	C	Composition 1 :	0,80%
10	D	Parfum :	q.s.
		Conservateur :	q.s.

MODE OPERATOIRE

- Emulsionner B dans A à 75°C puis ajouter C vers 60°C, puis D vers 30°C et ajuster le
- 15 pH si nécessaire

Exemple 10 : Gel de massageFORMULE

	A	Composition 1 :	3,5%
20		Eau :	20,0%
	B	colorant :	2 gouttes/100g
		Eau :	q. s.
25	C	alcool :	10%
		Menthol :	0,10%
	D	huile de silicone :	5,0%

MODE OPERATOIRE

- 30 Ajouter B dans A; puis ajouter au mélange, C puis D

Exemple 11: gel soin de massageFORMULE

	A	Composition 1 :	3,00%
5		Eau :	30%
	B	SEPICIDE™ CI :	0,20%
		SEPICIDE™ HB :	0,30%
		Parfum :	0,05%
	C	colorant :	q. s.
10		Eau :	q. s. p. 100%
	D	MICROPEARL™ SQL :	5,00%
		LANOL™ 1688 :	2%

MODE OPERATOIRE

- 15 Préparer A; additionner B, puis C, puis D.

Exemple 12: Gel coup d'éclatFORMULE

	A	Composition 1 :	4%
20		Eau :	30%
	B	ELASTINE HPM :	5,0%
	C	MICROPEARL™ M 100 :	3%
		Eau :	5%
	D	SEPICIDE™ CI :	0,2%
25		SEPICIDE™ HB :	0,3%
		Parfum :	0,06%
		Sodium pyrolidinonecarboxylate 50% :	1%
		Eau :	q. s. p. 100%

MODE OPERATOIRE

- 30 Préparer A; additionner B, puis C, puis D.

Exemple 13: Lait corporel**FORMULE**

	A	SEPIPERL™ N :	3,0%
5		Triheptonate de glycérol :	10,0%
	B	eau :	q.s.p.100%
	C	Composition 1 :	1,0%
	D	parfum :	q. s.
10		Conservateur :	q. s.

MODE OPERATOIRE

Fondre A à environ 75°C . Emulsionner B dans A à 75°C puis ajouter C vers 60°C, puis D .

15 Exemple 14 : Emulsion démaquillante à l'huile d'amande douce**FORMULE**

		MONTANOV™ 68 :	5%
		huile d'amandes douces :	5%
		eau :	q.s.p.100%
20		Composition 1 :	0,3%
		glycérine :	5%
		conservateur :	0,2%
		parfum :	03%

25 Exemple 15 : Crème hydratante pour peaux grasses**FORMULE**

		MONTANOV™ 68 :	5%
		Cétylstéaryloctanoate :	8%
		octyl palmitate :	2%
30		eau :	q.s.p.100%

	Composition 1 :	0,6%
	MICROPEARL™ M100 :	3,0%
	Mucopolysaccharides :	5%
	SEPICIDE™ HB :	0,8
5	Parfum :	03%

Exemple 16: Baume après-rasage apaisant sans alcool

FORMULE

	mélange de lauryl aminoacides :	0,1% à 5%
	aspartate de magnésium et de potassium :	0,002% à 0,5%
10	LANOL™ 99 :	2%
	huile d'amandes douces :	0,5%
	eau :	q.s.p.100%
	Composition 1 :	3%
	SEPICIDE™ HB :	0,3%
15	SEPICIDE™ CI :	0,2%
	Parfum :	0,4%

Exemple 17 : Crème aux AHA pour peaux sensibles

FORMULE

20	mélange de lauryl aminoacides :	0,1% à 5%
	aspartate de magnésium et de potassium :	0,002% à 0,5%
	LANOL™ 99 :	2%
	MONTANOV™ 68 :	5,0%
	Eau :	q.s.p.100%
25	Composition 1 :	1,50%
	acide gluconique :	1,50%
	tri éthylamine :	0,9%
	SEPICIDE™ HB :	0,3%
	SEPICIDE™ CI :	0,2%
30	Parfum :	0,4%

Exemple 18: Soin apaisant après soleil**FORMULE**

	mélange de lauryl aminoacides :	0,1% à 5%
	aspartate de magnésium et de potassium :	0,002% à 0,5%
5	LANOL TM 99 :	10,0%
	Eau :	q.s.p.100%
	Composition 1 :	2,50%
	SEPICIDE TM HB :	0,3%
	SEPICIDE TM CI :	0,2%
10	Parfum :	0,4%
	Colorant :	0,03%

Exemple 19 : Lait démaquillant**FORMULE**

	SEPIPERL TM N :	3%
15	PRIMOL TM 352 :	8,0%
	huile d'amandes douces :	2 %
	eau :	q.s.p.100%
	Composition 1 :	0,8%
	conservateur :	0,2%

20 Exemple 20 : Lait corporel**FORMULE**

	SEPIPERL TM N :	3,5%
	LANOL TM 37T :	8,0%
	SOLAGUM TM L :	0,05%
25	Eau :	q.s.p.100%
	Benzophénone :	2,0%
	diméthicone 350cPs :	0,05%
	Composition 1 :	0,8%
	conservateur :	0,2%
30	parfum :	0,4%

Exemple 21 : Emulsion fluide à pH alcalin

	MARCOL™ 82 :	5,0%
	NaOH :	10,0%
5	Eau :	q.s.p.100%
	Composition 1 :	1,5%

Exemple 22 : Fond de teint fluide**FORMULE**

10	SIMULSOL™ 165 :	5,0%
	LANOL™ 84D :	8,0%
	LANOL™ 99 :	5,0%
	Eau :	q.s.p.100%
	pigments et charges minérales :	10,0%
15	Composition 1 :	1,2%
	conservateur :	0,2%
	parfum :	0,4%

Exemple 23 : Lait solaire**FORMULE**

20	SEPIPERL™ N :	3,5%
	LANOL™ 37T :	10,0%
	PARSOL NOX™ :	5,0%
	EUSOLEX™ 4360 :	2,0%
	Eau :	q.s.p.100%
25	Composition 1 :	1,8%
	conservateur :	0,2%
	parfum :	0,4%

Exemple 24 : Gel contour des yeux**FORMULE**

5	Composition 1 :	2,0%
	Parfum :	0,06%
	Sodium pyrrolidinonecarboxylate :	0,2%
	DOW CORNING™ 245 Fluid :	2,0%
	Eau :	q. s. p. 100%

10

Exemple 25: Composition de soin non rincée**FORMULE**

	Composition 1 :	1,5%
	Parfum :	q. s
15	Conservateur :	q. s.
	DOW CORNING™ X2 8360 :	5,0%
	DOW CORNING™ Q2 1401 :	15,%
	Eau :	q.s.p. 100%

20 Exemple 26 : Gel amincissant

	Composition 1 :	5 %
	Ethanol :	30 %
	Menthol :	0,1 %
	Caféine :	2,5 %
25	extrait de ruscus :	2 %
	extrait de lierre :	2 %
	SEPICIDE™ HP :	1 %
	Eau:	q. s. p. 100 %

30

Exemple 27 : Baume après-rasage apaisant sans alcoolFORMULE

5	A	LIPACIDE™ PVB :	1,0%
		LANOL™ 99 :	2,0%
		Huile d'amandes douces :	0,5%
	B	Composition 1 :	3,5%
	C	eau :	q.s.p.100%
10	D	parfum :	0,4%
		SEPICIDE™ HB :	0,4%
		SEPICIDE™ CI :	0,2%

Exemple 28: Gel rafraîchissant après-rasage15 FORMULE

	A	LIPACIDE™ PVB :	0,5%
		LANOL™ 99 :	5,0%
		Composition 1 :	2,5%
	B	eau :	q.s.p.100%
20	C	MICROPEARL™ LM :	0,5%
		Parfum :	0,2%
		SEPICIDE™ HB :	0,3%
		SEPICIDE™ CI :	0,2%

25

Exemple 29: Soin pour les peaux grassesFORMULE

	A	MICROPEARL™ M310 :	1,0%
		Composition 1 :	5,0%
30		Isononanoate d'octyle :	4.0%

	B	eau :	q.s.p.100%
	C	SEPICONTROL™ A5 :	4,0%
		Parfum :	0,1%
5		SEPICIDE™ HB :	0,3%
		SEPICIDE™ CI :	0,2%
	D	CAPIGEL™ 98 :	0,5%
		Eau :	10%

10 Exemple 30 : Crème aux AHA

FORMULE

	A	MONTANOV™ 68 :	5,0%
		LIPACIDE™ PVB:	1,05%
		LANOL™ 99 :	10,0%
15	B	eau :	q.s.p.100%
		Acide gluconique :	1,5%
		TEA (triéthylamine) :	0,9%
	C	Composition 1 :	1,5%
	D	parfum:	0,4%
20		SEPICIDE™ HB:	0,2%
		SEPICIDE™ CI:	0,4%

Exemple 31 : Autobronzant non gras pour visage et corps

FORMULE

	A	LANOL™ 2681 :	3,0%
25		Composition 1 :	2,5%
	B	eau :	q.s.p.100%
		Dihydroxyacétone :	3,0%
	C	parfum :	0,2%
		SEPICIDE™ HB :	0,8%
30		NaOH (hydroxyde de sodium) :	qs pH = 5 %

Exemple 32 : Lait solaire au monoï de Tahiti**FORMULE**

5	A	Monoï de Tahiti :	10%
		LIPACIDE™ PVB :	0,5%
		Composition 1 :	2,2%
	B	eau :	q.s.p.100%
10	C	parfum :	0,1%
		SEPICIDE™ HB :	0,3%
		SEPICIDE™ CI :	0,1%
		Méthoxycinnamate d'octyle :	4,0%

Exemple 33 : Soins solaires pour le visage**FORMULE**

15	A	Cyclométhicone et diméthiconol :	4,0%
		Composition 1 :	3,5%
	B	eau :	q.s.p.100%
20	C	parfum :	0,1%
		SEPICIDE™ HB :	0,3%
		SEPICIDE™ CI :	0,21%
		Méthoxycinnamate d'octyle :	5,0%
		Micatitane :	2,0%
		Acide lactique :	q.s.p. pH = 6,5

25 Exemple 34 : Emulsion bronzante sans soleil**FORMULE**

30	A	LANOL™ 99 :	15%
		MONTANOV™ 68 :	5,0%
		Paraméthoxycinnamate d'octyle :	3,0%

B	eau :	q.s.p.100%
	Dihydroxyacétone :	5,0%
	Phosphate monosodique :	0,2%
	Composition 1 :	0,5%
5 D	parfum :	0,3%
	SEPICIDE™ HB :	0,8%
	NaOH :	q.s. pH=5.

- Le MONTANOV™ 68 (cétéaryl glucoside), est une composition auto-émulsionnable telle que décrite dans WO 92/06778, commercialisée par la société SEPPIC.
- Le MICROPEARL™ M 100 est une poudre ultra fine au toucher très doux et à action
- 5 matifiante commercialisée par la société MATSUMO
- Le SEPICIDE™ CI, imidazoline urée, est un agent conservateur commercialisé par la société SEPPIC.
- PEMULEN™ TR est un polymère acrylique commercialisé par GOODRICH.
- Le SIMULSOL™ 165 est du stéarate de glycérol auto-émulsionnable commercialisée par
- 10 la société SEPPIC.
- Le LANOL™ 1688 est un ester émollient à effet non gras commercialisé par la société SEPPIC.
- Le LANOL™ 14M et le LANOL® S sont des facteurs de consistance commercialisés par la société SEPPIC.
- 15 Le SEPICIDE™ HB , qui est un mélange de phénoxyéthanol, de méthyl paraben, d'éthylparaben, de propylparaben et de butylparaben, est un agent conservateur commercialisé par la société SEPPIC.
- Le MONTEINE™ CA est un agent hydratant commercialisé par la société SEPPIC.
- Le SCHERCEMOL™ OP est un ester émollient à effet non gras.
- 20 Le LANOL™ P est un additif à effet stabilisant commercialisé par la société SEPPIC.
- Le PARSOL™ MCX est de l'octyl paraméthoxycinnamate; commercialisé par la société GIVAUDAN.
- Le SEPIPERL™ N est un agent nacrant, commercialisé par la société SEPPIC, à base d'un mélange d'alkyl poly glucosides tels que ceux décrits dans WO 95/13863.
- 25 Le MICROPEARL™ SQL est un mélange de micro particules renfermant du squalane qui se libère sous l'action du massage; il est commercialisé par la société MATSUMO.
- Le LANOL™ 99 est de l'isononyl isononanoate commercialisé par la société SEPPIC.
- Le LANOL™ 37T est du triheptanoate de glycérol, commercialisé par la société SEPPIC.
- Le SOLAGUM™ L est un carraghénane commercialisé par la société SEPPIC.
- 30 Le MARCOL™ 82 est une huile de paraffine commercialisée par la société ESSO.

Le LANOL™ 84D est du malate de dioctyle commercialisé par la société SEPPIC.

Le PARSOL NOX™ est un filtre solaire commercialisé par la société GIVAUDAN.

l' EUSOLEX™ 4360 est un filtre solaire commercialisé par la société MERCK.

Le DOW CORNING™ 245 Fluid est de la cyclométhicone, commercialisée par la société

5 DOW CORNING.

Le LIPACIDE™ PVB, est un hydrolysate de protéines de blé palmitoylé, est commercialisée par la société SEPPIC.

Le MICROPEARL™ LM est un mélange de squalane, de poly(méthylméthacrylate) et de Menthol, commercialisé par la société SEPPIC.

10 Le SEPICONTROL™ A5 est un mélange capryloyl glycine, sarcosine, extrait de cinnamomum zylanicum, commercialisé par la société SEPPIC, tel que ceux décrits dans la demande internationale de brevet PCT/FR98/01313 déposée le 23 juin 1998.

Le CAPIGEL™ 98 est un copolymère d'acrylates commercialisé par la société SEPPIC.

Le LANOL™ 2681 est un mélange caprylate, caprate de coprah, commercialisé par la
15 société SEPPIC.

Le MONTANOV™ 202, est une composition telle que décrite dans WO 98/47610, commercialisée par la société SEPPIC.

REVENDICATIONS

1. Procédé de préparation d'une composition sous forme d'un latex inverse, comprenant une phase huile, une phase aqueuse, au moins un agent émulsifiant de type
5 eau dans huile (E/H), au moins un agent émulsifiant de type huile dans eau (H/E), de 20% à 75% en poids, principalement de 20% à 60% en poids et plus particulièrement de 30% à 45% en poids, d'un polyélectrolyte anionique branché ou réticulé, comprenant successivement :

- une étape (a) de préparation d'une solution aqueuse contenant les monomères et
10 les éventuels additifs ;

- une étape (b) d'émulsification de la phase aqueuse préparée à l'étape (a), dans une phase organique, en présence d'un ou plusieurs agents émulsifiants de type eau dans huile ;

- une étape (c) de polymérisation des monomères dans la phase aqueuse amorcée
15 par l'introduction dans ladite phase, d'un initiateur de radicaux libres ; et,

- une étape (d) d'addition dans la dispersion résultante d'un ou plusieurs agents émulsifiants de type huile dans eau, à une température inférieure à 50°C, caractérisé en ce que :

- la réaction de polymérisation de l'étape (c) est réalisée à un pH inférieur à 5,5,
20 - aucun desdits agents émulsifiants, n'appartient à la classe des alcanolamides et
- ledit polyélectrolyte anionique est à base, soit d'un monomère possédant une fonction acide fort, soit d'au moins un monomère possédant une fonction acide fort co-polymérisé ou bien avec au moins un monomère possédant une fonction acide faible, ou bien avec au moins un monomère neutre.

25 2. Procédé tel que défini à la revendication 1, dans lequel le milieu réactionnel issu de l'étape (b), est concentré par distillation, avant la mise en œuvre de l'étape (c).

3. Procédé tel que défini à l'une des revendications 1 ou 2, dans lequel la réaction de polymérisation est amorcée par un couple oxydo-réducteur générateur
30 d'ions hydrogénosulfite (HSO_3^-), tel que le couple hydroperoxyde de cumène -

métabisulfite de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$), ou le couple hydroperoxyde de cumène-chlorure thionyle (SOCl_2) à une température inférieure ou égale à 10°C , si désiré, additionné d'un agent co-initiateur de polymérisation, tel que l'azo-bis(isobutyronitrile) (AIBN).

4. Procédé tel que défini à l'une des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que 30% à 80%, de préférence 30% à 60% en proportions molaires, des motifs monomériques, que le polyélectrolyte anionique comprend, possèdent une fonction acide fort ; et plus particulièrement caractérisé en ce que le polyélectrolyte anionique comprend de 30% à 50% d'un monomère comportant une fonction acide fort et de 70% à 50%, soit d'un monomère comportant une fonction acide faible, soit d'un monomère neutre.

5. Procédé tel que défini à la revendication 4, caractérisé en ce que le polyélectrolyte anionique comporte en proportions molaires de 30 % à 50 % de 2-méthyl-2-[(1-oxo 2-propényl) amino] 1-propanesulfonique, partiellement ou totalement salifié sous forme d'un sel de métal alcalin, de préférence le sel de sodium, ou sous forme du sel d'ammonium, et de 70 % à 50 % d'acrylamide .

6. Procédé tel que défini à l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que le polyélectrolyte anionique est réticulé et/ou branché avec un composé diéthylénique ou polyéthylénique dans la proportion molaire exprimée par rapport aux monomères mis en œuvre, de 0,005% à 1%, et de préférence de 0,01% à 0,1%.

7. Procédé tel que défini à la revendication 6, caractérisé en ce l'agent de réticulation et/ou l'agent de ramification est choisi parmi le méthacrylate d'éthylèneglycol, le diallyloxyacétate de sodium, le diacrylate d'éthylèneglycol, le diallyl urée, le triméthylol propanetriacrylate ou, plus particulièrement, le méthylène-bis(acrylamide).

8. Procédé tel que défini à l'une des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que, les agents émulsifiants du type eau dans huile mis en œuvre, consistent essentiellement en du monooléate de sorbitan.

9. Procédé tel que défini à l'une des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que, la phase huile représente de 15% à 40%, de préférence de 20% à 25%, de son poids total.

10. Procédé tel que défini à l'une des revendications 1 à 9, caractérisé en ce que, la phase huile est constituée d'isohexadécane ou d'huile blanche minérale.

11. Utilisation de la composition obtenue selon le procédé tel que défini à l'une des revendications 1 à 10, pour préparer une composition topique cosmétique, dermo-pharmaceutique ou pharmaceutique.

12. Composition cosmétique, dermo-pharmaceutique ou pharmaceutique
5 comprenant de 0,1% à 10% en poids d'un latex inverse obtenu selon le procédé tel que défini à l'une des revendications 1 à 10.

13. Composition telle que définie à la revendication 12, sous la forme d'un lait, d'une lotion, d'un gel, d'un gel crème, d'une crème, d'un savon, d'un bain moussant, d'un baume, d'un shampooing ou d'un après shampooing.

THIS PAGE BLANK (USPTO)

INSTITUT NATIONAL
de la
PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

**RAPPORT DE RECHERCHE
PRELIMINAIRE**
établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FA 566691
FR 9814965

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
X	US 5 185 395 A (ROBINSON PETER M ET AL) 9 février 1993 (1993-02-09)	1, 3-8
Y	* exemples *	9-13
Y	EP 0 793 957 A (OREAL) 10 septembre 1997 (1997-09-10) * page 3, ligne 35 - ligne 47; revendications 13,14,20 *	9-13
X	US 5 206 316 A (CHUANG JUI-CHANG) 27 avril 1993 (1993-04-27) * exemples *	1, 4
		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CL.6)
		C08F A61K
Date d'achèvement de la recherche		Examineur
11 août 1999		Friederich, P
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant		

2

EPO FORM 1503 03.82 (P04C13)

THIS PAGE BLANK (USPTO)

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)